

强磁场下不同晶粒尺寸 Fe 薄膜生长模式演变  
及其对磁性能的影响\*

杜娇娇 李国建 王 强 马永会 王慧敏 李萌萌

(东北大学材料电磁过程研究教育部重点实验室, 沈阳 110819)

**摘 要** 采用强磁场下物理气相沉积的方法, 通过提高蒸发源温度获得晶粒尺寸逐渐降低的纳米晶 Fe 薄膜, 研究了强磁场对不同晶粒尺寸 Fe 薄膜生长和磁性能的影响. 结果表明, 当蒸发源温度为 1440 °C 时, Fe 薄膜的晶粒细小, 强磁场使薄膜从层状生长变成了柱状生长, 有效降低了薄膜缺陷. 当蒸发源温度为 1400 和 1350 °C 时, Fe 薄膜的晶粒较粗大, 强磁场不能改变其柱状生长方式, 但是却提高了柱的宽度. 强磁场提高了 Fe 薄膜的平均晶粒尺寸以及颗粒(由晶粒构成)尺寸、降低了薄膜表面粗糙度. 随着晶粒尺寸的降低, 强磁场提高 Fe 薄膜矫顽力、饱和磁化强度和剩磁比的能力增强.

**关键词** 强磁场, Fe 薄膜, 纳米晶, 柱状生长, 磁性能

中图法分类号 TB303

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2015)07-0799-08

GROWTH MODE EVOLUTION AND SUBSEQUENT  
MAGNETIC PROPERTIES OF Fe FILMS WITH  
DIFFERENT GRAIN SIZES UNDER  
A HIGH MAGNETIC FIELD

DU Jiaojiao, LI Guojian, WANG Qiang, MA Yonghui, WANG Huimin, LI Mengmeng

Key Laboratory of Electromagnetic Processing of Materials (Ministry of Education), Northeastern University, Shenyang 110819

Correspondent: LI Guojian, associate professor; Tel: (024)83685649, E-mail: gili@epm.neu.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.51101034 and 51425401), Fundamental Research Funds for the Central Universities (Nos.N130509002 and N140902001) and General Project of Science and Technology Education Department of Liaoning Province (No.L2014091)

Manuscript received 2015-02-02, in revised form 2015-03-27

**ABSTRACT** In order to increase the magnetic properties and realize the essential applications in magnetic recording and spintronics devices, it is significant to control the growth mode and grain size of Fe films. In this work, the effects of a high magnetic field (HMF) on the growth and magnetic properties of Fe thin films with different grain sizes by using physics vapor deposition were explored. The decreased grain sizes are obtained by increasing the evaporation source temperatures. It is found that when the evaporation source temperature is 1440 °C, the grains of film are fine. The growth mode is changed from layered to columnar by HMF. And HMF effectively reduces the defects of Fe film. When the evaporation source temperature is 1400 and 1350 °C, the grains of films are large. HMF does not change the columnar growth mode of films. However, the width of columns is improved by a HMF. Additionally, HMF increases the average particle (composed of the grains) and grain size of Fe films with different grain sizes.

\*国家自然科学基金项目 51101034 和 51425401, 中央高校基本科研业务费项目 N130509002 和 N140902001, 以及辽宁省教育厅科学技术研究一般项目 L2014091 资助

收到初稿日期: 2015-02-02, 收到修改稿日期: 2015-03-27

作者简介: 杜娇娇, 女, 1986 年生, 博士生

DOI: 10.11900/0412.1961.2015.00084

And the surface roughness of all the films is remarkably reduced by a HMF. With the decrease of grain sizes, the ability of HMF on increasing the coercivity, saturation magnetization and squareness ratio of the Fe films is enhanced.

**KEY WORDS** high magnetic field, Fe film, nanocrystalline, columnar growth, magnetic properties

铁基纳米晶软磁薄膜具有高的饱和磁化强度和低的矫顽力,适合作为高密度磁记录磁头材料<sup>[1]</sup>.另外,Fe薄膜/半导体系统在磁电子和自旋电子器件中的应用越来越广泛,可作为半导体器件中的自旋过滤器、自旋注射器<sup>[2]</sup>以及电和电光异质结构器件的基础元件<sup>[3]</sup>.因此,近些年来,Fe纳米晶薄膜受到了广泛的关注<sup>[4-6]</sup>.薄膜的晶粒尺寸和生长方式等微观结构对其饱和磁化强度、矫顽力和磁各向异性等磁性能有显著影响.晶粒尺寸大且分布均匀的 $\text{YNi}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ 薄膜,具有较高的铁磁转换温度<sup>[7]</sup>;尺寸驱动相变对 $\text{BaTiO}_3$ 薄膜所表现的铁电性能存在着一个临界的晶粒尺寸<sup>[8]</sup>;另外,常规生长的C纳米管比针状生长的具有6倍高的电阻率、热导率和抗拉强度<sup>[9]</sup>.对于Fe薄膜,研究者通过改变薄膜的生长方式和晶粒尺寸来提升薄膜质量和性能,以满足应用的要求.Kima等<sup>[10]</sup>通过提高Fe薄膜的厚度,使三维岛状逐渐过渡到柱状生长;He等<sup>[11]</sup>通过增大薄膜厚度改变生长方式实现垂直磁各向异性向平行磁各向异性的转变;Wang等<sup>[12]</sup>通过退火的方法提高Fe薄膜的晶粒尺寸,显著影响了薄膜的矫顽力.以前的研究表明,通过改变Fe薄膜生长模式可改变薄膜的磁畴结构,实现磁各向异性的转变;通过改变晶粒尺寸及分布可改变晶界密度以及晶粒间交换耦合作用,实现矫顽力及饱和磁化强度的改变.因此,在薄膜生长中控制Fe薄膜生长模式和晶粒尺寸对提高薄膜磁性能、实现其在相关领域的应用至关重要.

强磁场具有非接触特性、增强的Lorentz力、磁化力、磁化能等特点,不仅在块体<sup>[13]</sup>、还在薄膜的制备领域发挥着巨大的作用<sup>[14]</sup>.强磁场可以在不改变制备条件和环境的基础上,实现薄膜的晶粒排列<sup>[15]</sup>、取向生长<sup>[16]</sup>、相转变<sup>[17]</sup>以及性能的改善<sup>[18]</sup>,这些为强磁场改变Fe薄膜的晶粒尺寸和生长方式提供了可能.目前,强磁场在Fe薄膜生长过程的应用集中在电沉积方法,主要研究强磁场对Fe薄膜晶体结构和表面形貌的影响<sup>[19-23]</sup>.Matsushima等<sup>[19,20]</sup>采用电沉积的方法将平行于基片方向的强磁场施加在Fe薄膜的制备过程中,发现薄膜的表面形貌从尖角形变成了长方形,并沿着磁场方向排列;Koza等<sup>[21]</sup>指出强磁场施加在Fe薄膜电沉积的过程中可影

响薄膜的成核过程和表面形貌;另外,强磁场控制了Fe薄膜的织构<sup>[22,23]</sup>,使(110)面沿着磁场方向取向<sup>[23]</sup>.但以上这些研究仅局限于强磁场对Fe薄膜晶体结构和表面形貌的影响,对其生长方式以及所引起的磁性能的影响尚不清楚.此外,实验中采用的电沉积的方法使强磁场通过影响镀液中产生的磁致对流的间接方式作用于薄膜生长,不利于精细观察强磁场对Fe薄膜晶粒生长的影响.因此,本工作采用强磁场直接作用于沉积原子的物理气相沉积的方法.另外,强磁场对材料产生的磁化能与其体积密切相关,会影响其在磁场下的晶体取向、排列以及运动状态.因此,本工作通过控制蒸发源温度制备不同晶粒尺寸的Fe薄膜,实现强磁场对Fe薄膜生长方式的控制,研究强磁场对不同晶粒尺寸Fe薄膜的生长方式、晶粒尺寸、表面形貌的影响,以及所引起的磁性能的改变.

## 1 实验方法

实验采用强磁场下物理气相沉积的方法<sup>[24]</sup>.蒸发源材料采用纯度为99.99%,粒径为1~2 mm的Fe颗粒.Si(100)基片放置在磁场强度最大处,磁场方向垂直基片向上,基片温度为200 °C.本底气压优于 $8.0 \times 10^{-5}$  Pa,工作气压优于 $1.0 \times 10^{-4}$  Pa.通过改变蒸发源温度获得不同晶粒尺寸的Fe薄膜.蒸发源温度分别为1350, 1400和1440 °C.为了保证相同的薄膜厚度,蒸发时间分别为90, 41和20 min.在Fe薄膜生长的过程中施加6 T磁场,制备的薄膜分别简称为1350 °C/6 T, 1400 °C/6 T和1440 °C/6 T膜,并和无磁时进行了对比(制备的薄膜分别简称为1350 °C/0 T, 1400 °C/0 T和1440 °C/0 T膜).

薄膜的厚度采用dektak150型台阶仪和JEOLJEM-2100F透射电镜(TEM)进行分析.截面TEM所测Fe薄膜厚度约为60 nm,与台阶仪测得的结果相同.薄膜的晶体结构采用1°小角掠入射的DMAX2400 X射线衍射仪(XRD)进行分析,以 $\theta$ - $2\theta$ 联动的扫描模式,X射线源为 $\text{CuK}\alpha$ ,波长为 $\lambda=0.154056$  nm.采用TEM进行微观结构分析.薄膜的表面形貌用Multimode IV型原子力显微镜(AFM)和SUPRA-35型扫描电镜(SEM)进行分析.用Lakeshore 7407型振动样品磁强计(VSM)测量样品的磁滞回线.



## 2 实验结果及讨论

图 1 是不同条件下制备的 Fe 薄膜的 XRD 谱. 可见, 施加强磁场后 Fe 薄膜的相组成和择优取向没有改变, 依然是多晶 bcc 结构以及 (110) 的择优取向. 用 Scherrer 公式<sup>[25]</sup> 计算了不同条件下 Fe 薄膜的晶粒尺寸, 如图 2 所示. 发现无磁时随着蒸发源温度的提高, 生长速率增大, 薄膜的晶粒尺寸逐渐降低, 说明通过改变蒸发源温度可获得不同晶粒尺寸的 Fe 薄膜; 并且强磁场的施加提高了 Fe 薄膜的晶粒尺寸.

用截面 TEM 考察了强磁场对不同晶粒尺寸 Fe 薄膜生长方式的影响, 结果如图 3 所示. 可见, 所有

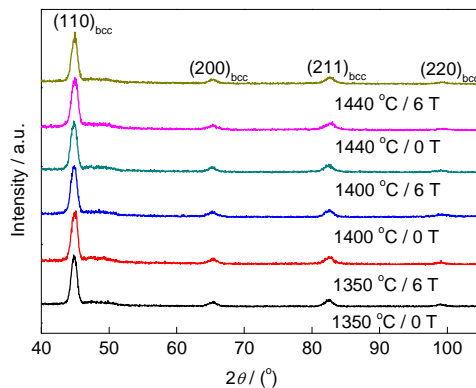


图 1 不同条件下制备 Fe 薄膜的 XRD 谱

Fig.1 XRD patterns of Fe films under different conditions

的薄膜均由 Fe, Si 和 SiO<sub>2</sub> 层组成, 其中 SiO<sub>2</sub> 层为基体 Si 的表面氧化层, 如图 3b1 所示. 无磁场时, 当蒸发源温度从 1350 °C 提高到 1440 °C 时, Fe 薄膜的平均晶粒尺寸减小, 生长模式发生明显的转变, 从 1350 °C/0 T 时的柱状晶贯穿膜厚的生长(图 3a1 和 a2), 过渡到 1400 °C/0 T 时的长条状和球状晶粒堆叠的柱状生长(图 3c1 和 c2), 在 1440 °C/0 T 时, 转变成细小晶粒的层状生长(图 3e1 和 e2). 施加强磁场后, 当蒸发源温度为 1350 和 1400 °C 时, 强磁场没有改变 Fe 薄膜的柱状生长模式, 但却显著提高了柱的宽度(图 3b1, b2, d1 和 d2), 对每个条件薄膜的柱宽进行统计

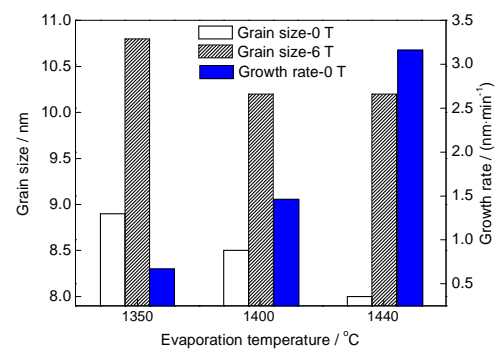


图 2 无磁场下 Fe 薄膜的生长速率以及不同条件下制备的 Fe 薄膜的晶粒尺寸

Fig.2 Growth rate of Fe films prepared without high magnetic field and the grain sizes of Fe films under different conditions

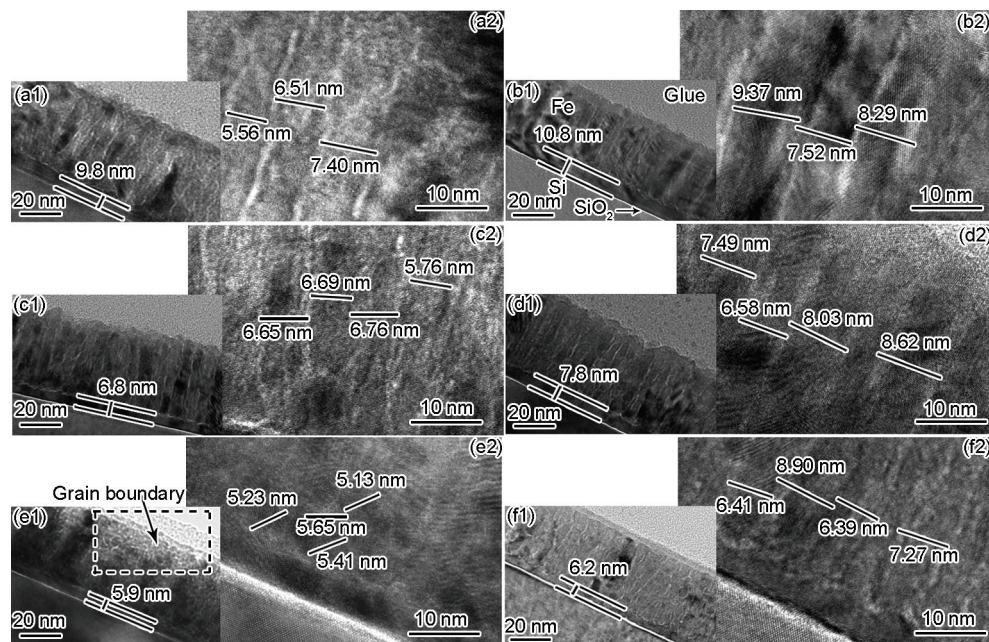


图 3 不同条件下制备的 Fe 薄膜的截面 TEM 像

Fig.3 Cross sectional TEM images of Fe films fabricated under different conditions (The width of columns was shown in Figs.3a2, b2, c2, d2 and f2. The diameter of grains was presented in Fig.3e2)

(a1, a2) 1350 °C/0 T	(b1, b2) 1350 °C/6 T	(c1, c2) 1400 °C/0 T
(d1, d2) 1400 °C/6 T	(e1, e2) 1440 °C/0 T	(f1, f2) 1440 °C/6 T



(统计的柱宽个数为200个),可知施加强磁场后,柱宽从1400 °C/0 T膜的5~6 nm提高到1400 °C/6 T膜的7~11 nm; 1350 °C/0 T膜的5~8 nm提高到1350 °C/6 T膜的6~11 nm. 并且当蒸发源温度为1400 °C时,强磁场使0 T薄膜长条状和球形晶粒堆叠的柱状生长转变成柱状晶贯穿膜厚的生长. 但是当蒸发源温度为1440 °C时,强磁场使Fe薄膜的生长方式从无磁场时的层状生长转变成了柱状生长(图3f1和f2),且1440 °C/6 T膜柱的宽度大于1440 °C/0 T膜晶粒的直径. 从图3e1方框区域内可以看出,由于生长速率较大,1440 °C/0 T膜内部晶界(白色线条)多且距离大,说明部分区域生长稀疏,晶粒之间的间隔较大,无序结构以及缺陷较多; 施加强磁场后,晶粒排布整齐致密(3f1和f2),另外,强磁场使1440 °C/0 T膜的晶粒形状从无磁场的球状变成了柱状,晶界密度降低,因而缺陷和无序结构降低. TEM像确定的强磁场对Fe薄膜晶粒尺寸的影响趋势与从XRD计算的结果基本相

同. 另外,TEM结果表明,200 °C的基片温度使所有薄膜均形成一层过渡层,并且随着蒸发源温度的提高,过渡层逐渐变薄. 当蒸发源温度较高,即晶粒尺寸较小时,强磁场可改变Fe薄膜的生长方式,但随着蒸发源温度的降低(平均晶粒尺寸增大),强磁场对Fe薄膜生长的作用效果减弱.

用SEM考察了强磁场对不同晶粒尺寸Fe薄膜表面形貌的影响,如图4所示. 可见,无磁场时,随着蒸发源温度的提高,薄膜表面大颗粒增多、表面变得粗糙(图4a, c, e). 薄膜表面出现这种形貌,一是由于随着蒸发源温度的提高,薄膜的生长速率逐渐增大,当蒸发源温度为1440 °C时,生长速率达到3.16 nm/min,即Fe颗粒没有充分弛豫生长就会有新的Fe颗粒到达,不利于表面空位和缺陷的填补<sup>[26]</sup>; 另外,蒸发源温度的提高,使得蒸发源处大量原子集中发射,形成了液滴发射<sup>[27,28]</sup>,蒸发源温度越高,产生的液滴数量和尺寸越大,因此薄膜表面聚集的大颗粒增多. 施加

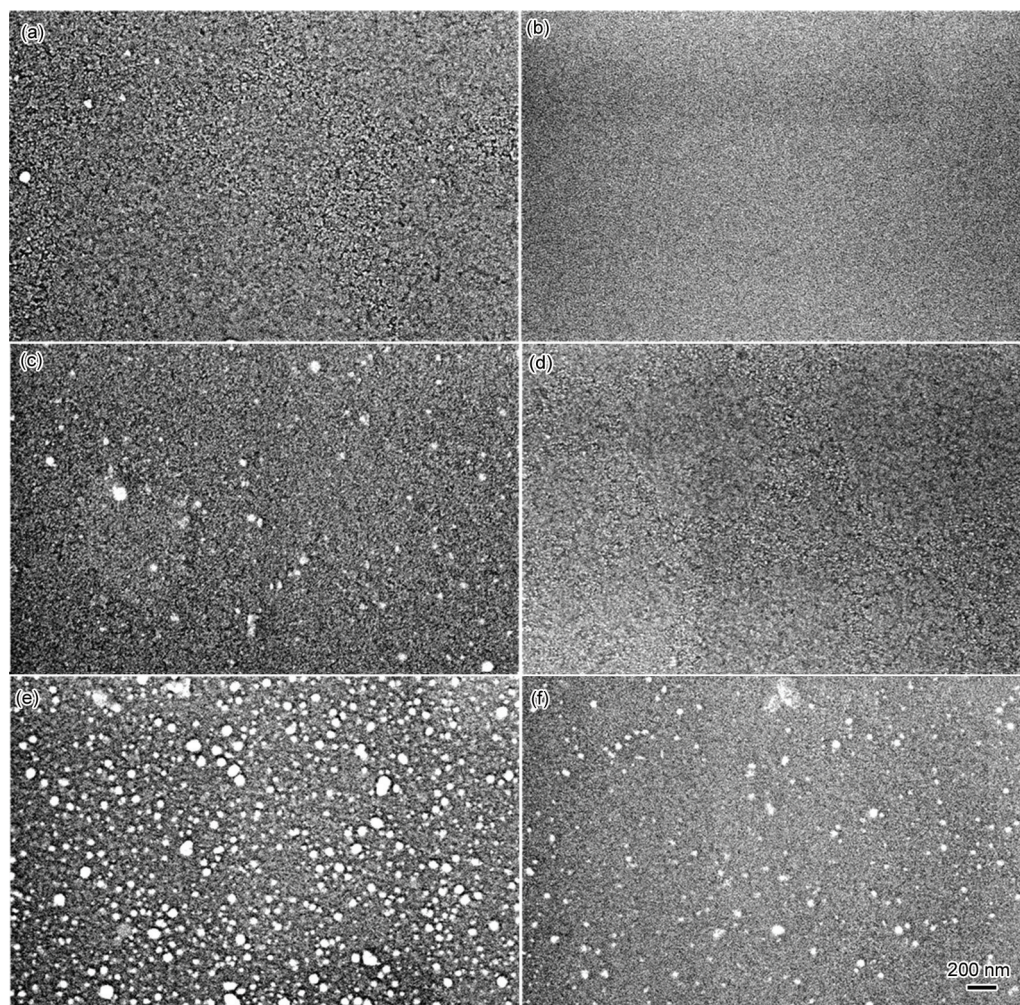


图4 不同条件下制备的Fe薄膜的SEM像

Fig.4 SEM images of the Fe films under different conditions

(a) 1350 °C/0 T (b) 1350 °C/6 T (c) 1400 °C/0 T (d) 1400 °C/6 T (e) 1440 °C/0 T (f) 1440 °C/6 T



强磁场后, 在各种蒸发源温度下, 相对于无磁场时, Fe 薄膜表面的大颗粒明显减少, 表面变得平整(图 4b, d, f), 这是由于强磁场的磁化能<sup>[29]</sup>增加了 Fe 颗粒的能量. 为了确定强磁场对 Fe 薄膜颗粒尺寸的影响, 图 5 给出了 AFM 表面形貌图以及线粗糙度分析结果, 线粗糙度中每一个波峰代表一个晶粒, 波峰的高度波动代表薄膜粗糙度的变化. 无磁场时(图 5a, c, e), 随着蒸发源温度的提高, 线粗糙度中波峰个数逐渐减少, 说明薄膜平均颗粒尺寸逐渐增大. 施加强磁场后(图 5b, d, f), 不同蒸发源温度制备的薄膜相对无磁场时, 波峰个数降低、薄膜颗粒尺寸增大(线粗糙度中, 波峰个数从 1350 °C/0 T 膜的 17 个降低到 1440 °C/6 T 膜的 13 个; 1400 °C/0 T 膜的 13 个降低到 1400 °C/6 T 膜的 10 个; 1440 °C/0 T 膜的 12 个降低到 1440 °C/6 T 膜的 8

个). 另外, 施加强磁场后, 各种蒸发源温度制备的薄膜相对无磁场情况, 线粗糙度中波峰高度的波动程度降低, 说明薄膜表面粗糙度降低, 尤其当蒸发源温度为 1440 °C 时, 强磁场使表面的大颗粒显著减少, 薄膜表面明显光滑, 粗糙度从无磁场时的 3.888 nm 降低到 0.486 nm. 但是施加强磁场后, 随着蒸发源温度的提高, 薄膜表面粗糙度的变化不大. 由于本研究通过蒸发源温度控制沉积速率, 从而制备不同晶粒尺寸的薄膜(图 2), 即通过晶粒尺寸的考察来反映沉积速率的影响. 施加 6 T 磁场后, 虽然提高了蒸发源温度(沉积速率), 但制备的 Fe 薄膜均为柱状生长, 且晶粒尺寸相差不大(图 2 和图 3), 晶粒所受磁场磁化能<sup>[29]</sup>的大小基本相同, 导致随着蒸发源温度的提高, 强磁场对 Fe 薄膜表面粗糙度的影响不大.

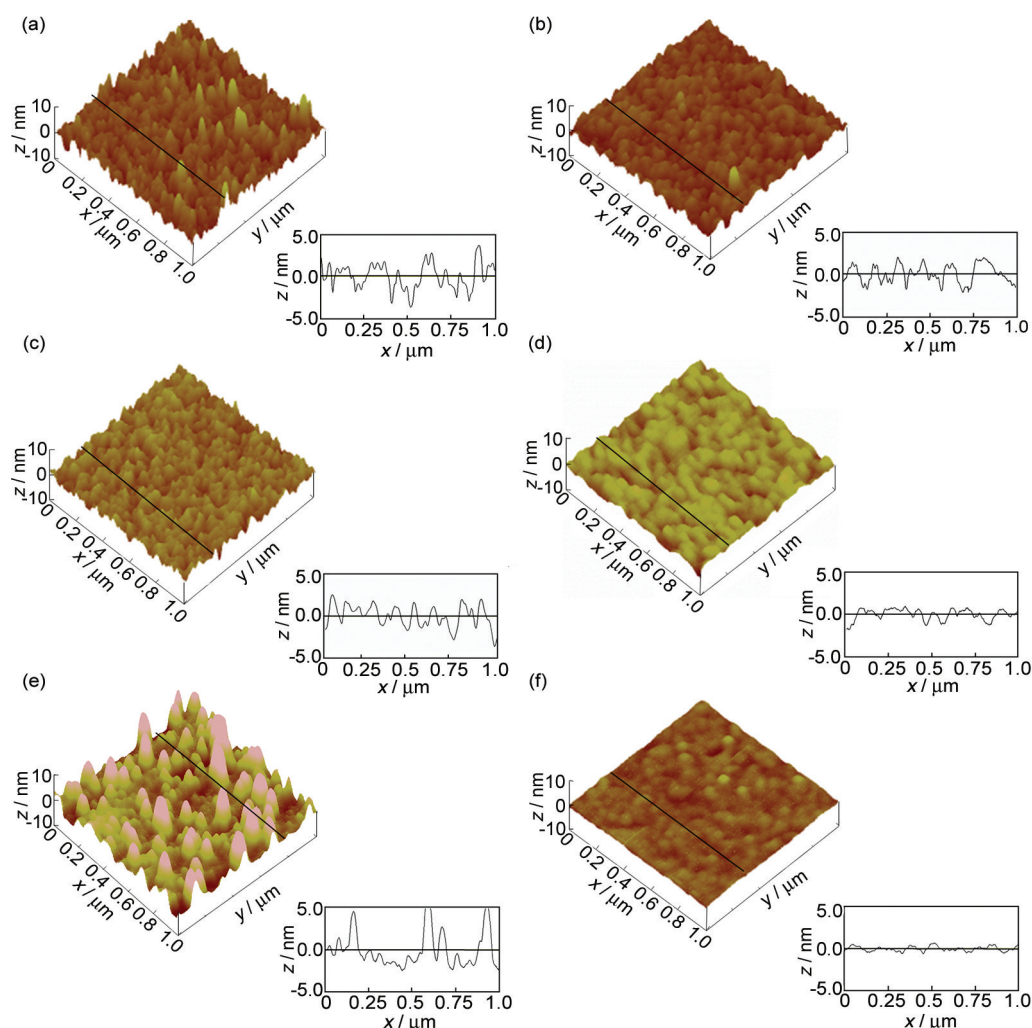


图 5 不同条件 Fe 薄膜的 AFM 像以及线粗糙度分析

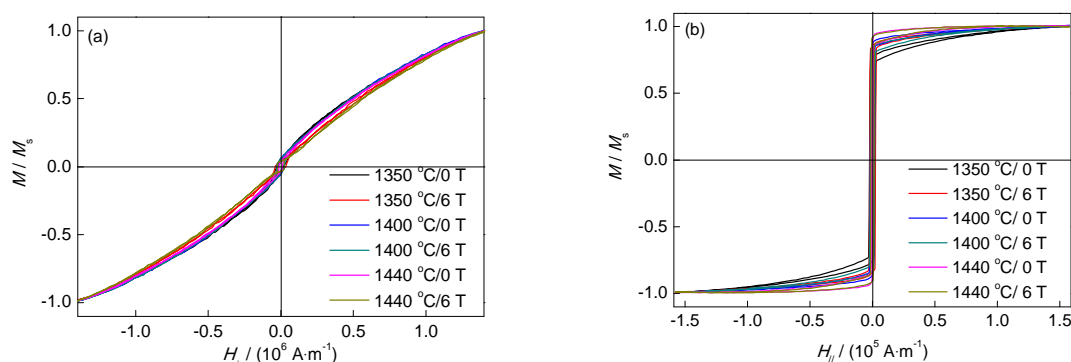
Fig.5 AFM images and line section analysis of the Fe films under different conditions

- |                 |                 |                 |
|-----------------|-----------------|-----------------|
| (a) 1350 °C/0 T | (b) 1350 °C/6 T | (c) 1400 °C/0 T |
| (d) 1400 °C/6 T | (e) 1440 °C/0 T | (f) 1440 °C/6 T |

用VSM对Fe薄膜垂直和平行于膜面方向的磁滞回线进行了测量,如图6所示.结果表明,当垂直于膜面方向的外场为 $1.43 \times 10^6$  A/m时,薄膜仍未达到饱和.而在平行于膜面时外场为 $1.59 \times 10^5$  A/m时薄膜达到饱和,并且垂直于膜面方向的矫顽力( $H_{c\perp}$ ) ( $1.11 \times 10^4 \sim 3.69 \times 10^4$  A/m)远高于平行于膜面的矫顽力( $H_{c\parallel}$ ) ( $5.49 \times 10^2 \sim 2.33 \times 10^3$  A/m),因而,垂直于膜面方向较平行膜面难磁化.难磁化方向是由于薄膜厚度引起的,由于薄膜样品的厚度远小于表面的长和宽,具有形状各向异性,在薄膜法线方向相对于平行方向具有很大的退磁因子以及退磁场,即在垂直膜面的方向,需要施加更大的磁场才能使薄膜达到饱和,为薄膜的难磁化方向<sup>[30,31]</sup>.由于薄膜的主要应用是易磁化方向的磁性能,因此本工作着重讨论外场平行于膜面的磁性能.图7a是不同条件Fe薄膜当

外场平行于膜面时的矫顽力( $H_c$ )和饱和磁化强度( $M_s$ )的定量值.可知,无磁场时,随着蒸发源温度的提高,薄膜的 $H_c$ 逐渐降低.施加强磁场后,不同晶粒尺寸薄膜的 $H_c$ 均有不同程度的提高,尤其对于1440 °C/6 T膜,其 $H_c$ 相对1440 °C/0 T膜提高了126%(从 $5.57 \times 10^3$  A/m增大到 $1.26 \times 10^4$  A/m).对于 $M_s$ ,施加强磁场后,随着蒸发源温度的提高,强磁场提高Fe薄膜 $M_s$ 的效果逐渐增强.

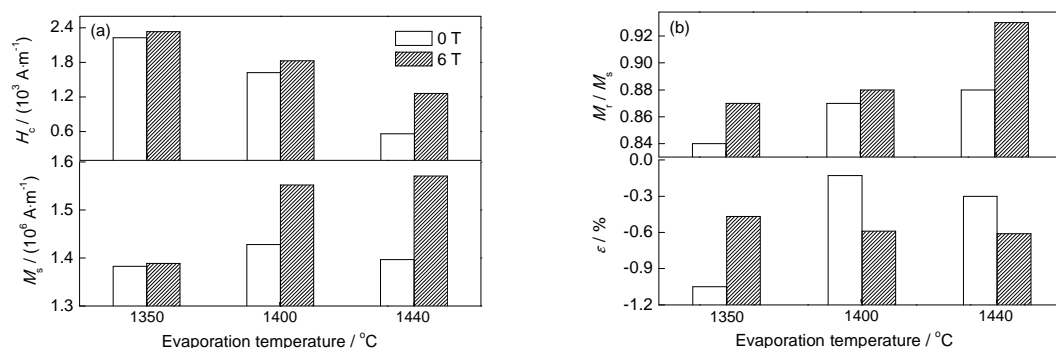
由于薄膜的 $H_c$ 与晶粒尺寸密切相关,符合随机各向异性模型<sup>[32]</sup>,即  $H_c = p_c \frac{K_r^2 \cdot D^2}{M_s \cdot A}$  (式中, $D$ 代表晶粒尺寸; $p_c$ ,  $K_r$ 和 $A$ 为常数),可见虽然薄膜的 $H_c$ 与 $M_s$ 成反比,但薄膜的晶粒尺寸对矫顽力的影响更加重要.无磁场时,随着蒸发源温度的提高,Fe薄膜的晶粒尺寸减小(图2和图3),因而矫顽力降低.施



Color online

图6 不同条件Fe薄膜的室温M-H曲线

**Fig.6** Magnetic hysteresis ( $M$ - $H$ ) loops measured at room temperature by applying the magnetic fields perpendicular (a) and parallel (b) to the surface of Fe films under different conditions ( $M$ —magnetization,  $M_s$ —saturation magnetization,  $H_{\parallel}$ —applied field parallel to the film plane,  $H_{\perp}$ —applied field perpendicular to the film plane)

图7 不同条件下制备的Fe薄膜当外场平行膜面时的饱和磁化强度 $M_s$ , 矫顽力 $H_c$ , 剩磁比和应变

**Fig.7** Value of magnetic properties of Fe films under different conditions when the applied field is parallel to the film surface

(a) saturation magnetization ( $M_s$ ) and coercivity ( $H_c$ )

(b) remanence ratio ( $M_r/M_s$ ) and strain ( $\epsilon$ ) ( $M_r$ —remanent magnetization)

加强磁场后, 1350、1400和1440 °C施加6 T磁场时膜晶粒尺寸相对于相应的0 T膜有所增大, 导致矫顽力的提高. 尤其当蒸发温度为1440 °C, 施加强磁场后, 其晶粒形状从细小的球状晶粒(图3e1和e2)变成了尺寸较大的长条状晶粒(图3f1和f2); 另外, 由于施加强磁场后薄膜从0 T膜的层状生长变成了6 T膜的柱状生长, 这种生长模式的改变会导致薄膜内部具有较高的应变(垂直膜面方向的应变通过XRD计算<sup>[15]</sup>, 如图7b所示, 不同条件Fe薄膜的应变均为负值, 即薄膜承受压应力, 1440 °C/0 T和6 T膜应变的绝对值分别为0.30%和0.61%), 应变(应力)通过增加磁弹性各向异性提高薄膜的矫顽力, 因此1440 °C/6 T膜的 $H_c$ 相对于1440 °C/0 T膜有较大的提高. 薄膜的饱和磁化强度与总的自旋电子数和薄膜的微观结构相关, 由于施加强磁场后薄膜的晶粒均有长大, 导致晶界密度降低, 晶粒之间的交换耦合作用增强,  $M_s$ 提高<sup>[7]</sup>. 从薄膜表面形貌图(图4)可知, 施加强磁场后薄膜表面的大颗粒消失, 表面变得光滑, 使得薄膜的致密度提高, 利于 $M_s$ 的提高. 尤其当蒸发温度为1440 °C时, 从截面TEM可知(图3), 施加强磁场后可显著降低0 T薄膜中的无序结构, 提高薄膜致密性, 使得1440 °C/6 T膜的 $M_s$ 相对0 T膜显著增强.

不同条件Fe薄膜当外场平行膜面的剩磁比 $M_r/M_s$ (其中,  $M_r$ 为剩余磁化强度), 如图7b所示. 可见, 无磁场时, 随着蒸发源温度的提高, Fe薄膜剩磁比增大, 但当蒸发源温度为1440 °C时, 剩磁比增大缓慢. 由于衬底与薄膜之间存在热应力、晶格失配应力, 应力的减小可有效提高薄膜的剩磁比. 当蒸发温度从1350 °C提高到1440 °C时, 薄膜的生长模式逐渐从柱状生长过渡到层状生长, 应变(应力)的绝对值应该逐渐减小, 但由于当1440 °C时, Fe薄膜内部无序和缺陷结构较多(图3e1和e2), 使得应变(应力)(该应变来源于在磁化过程中缺陷和有序结构所产生的不同的磁致伸缩<sup>[17]</sup>)增大. 因此, 随着蒸发温度的提高, 薄膜剩磁比增大, 但蒸发温度较高(1440 °C)时剩磁比增大缓慢. 施加强磁场后, 各种蒸发源温度制备的Fe薄膜剩磁比均有所提高. 由于所有薄膜的择优取向均为(110)方向, 而Fe薄膜的易磁化轴为(100)方向, 因此排除了择优取向对薄膜剩磁比的影响. 虽然强磁场改变了1440 °C/0 T薄膜的生长方式(使层状生长变成了柱状晶贯穿膜厚的柱状生长)和1400 °C/0 T薄膜的晶粒形状(使长条状和球状晶粒堆叠的柱状生长变成了柱状晶贯穿膜厚的生长), 使得1440 °C/6 T和1400 °C/6 T薄膜的应变相

对无磁场时增大. 但是施加强磁场后各种蒸发源温度制备的Fe薄膜平均晶粒尺寸增大, 使薄膜内部磁性晶粒间存在强烈的交换耦合相互作用、晶粒随机取向的机会也会减少, 因此, 施加强磁场后, Fe薄膜剩磁比提高.

### 3 结论

(1) 无磁场时, 提高蒸发源温度可获得晶粒尺寸减小的Fe薄膜, 使薄膜的生长模式从柱状晶贯穿膜厚的柱状生长逐渐过渡到由纳米颗粒构成的层状生长. 施加强磁场后, 当Fe薄膜的晶粒细小(蒸发温度较高: 1440 °C), 强磁场使薄膜从层状生长变成了柱状生长, 降低了薄膜缺陷以及无序结构. 对于晶粒粗大的Fe薄膜(蒸发温度较低: 1350和1400 °C), 强磁场不能改变其生长方式(依然为柱状生长), 却有效提高了柱的宽度.

(2) 强磁场显著提高了具有不同晶粒尺寸Fe薄膜的平均晶粒尺寸以及颗粒(由晶粒构成)尺寸, 降低了薄膜表面粗糙度. 但是, 对薄膜的相组成和择优取向没有影响.

(3) 柱状生长没有改变Fe薄膜的易磁化方向(薄膜平面方向). 强磁场可有效提高Fe薄膜的矫顽力、饱和磁化强度和剩磁比. 随着晶粒尺寸的降低, 强磁场提高Fe薄膜的晶粒尺寸、矫顽力、饱和磁化强度、剩磁比, 降低薄膜表面粗糙度的能力增强.

### 参考文献

- [1] Brajpuria R, Tripathi S, Sharma A, Shripathi T, Chaudhari S M. *Eur Phys J*, 2006; 51B: 131
- [2] Tivakornsasithorn K, Alsmadi A M, Liu X, Leiner J C, Choi Y, Keavney D J, Eid K F, Dobrowolska M, Furdyna J K. *J Appl Phys*, 2013; 113: 133908
- [3] Datta S, Das B. *Appl Phys Lett*, 1990; 56: 665
- [4] Mitsuru O, Koher S, Masaaki F. *J Appl Phys*, 2013; 113: 17C117
- [5] Ausanio G, Lannotti V, Amoruso S, Wang X, Aruta C, Arzeo M, Fitipaldi R, Vecchione A, Bruzzese R, Lanotte L. *Appl Surf Sci*, 2012; 258: 9337
- [6] Chakravarty S, Jiang M, Tietze U, Lott D, Geue T, Stahn J, Schmidt H. *Acta Mater*, 2011; 59: 5568
- [7] Ma Y W, Xu A X, Li X H, Zhang X P, Guilloux-Viry M, Pena O, Awaji S, Watanabe K. *Appl Phys Lett*, 2006; 89: 152505
- [8] Appleby D J R, Ponon N K, Kwa K S K, Ganti S, Hannemann U, Petrov P K, Alford N M, O'Neill A. *J Appl Phys*, 2014; 116: 124105
- [9] Masahiro H, Mizuhisa N, Daiyu K, Akio K, Yuji A. *Jpn J Appl Phys*, 2004; 43: 7337
- [10] Kima K H, Leea J D, Leea J J, Ahna B Y, Kima H S, Shin Y W. *Thin Solid Films*, 2005; 483: 74
- [11] He K, Ma L Y, Ma X C, Jia J F, Xue Q K. *Appl Phys Lett*, 2006; 88: 232503
- [12] Wang L L, Wang X, Zheng W T, Ma N, Li H B, Guan Q F, Jin D H, Zong Z G. *J Alloys Compd*, 2007; 443: 43

- [13] Wang Q, Liu Y, Liu T, Gao P F, Wang K, He J C. *Appl Phys Lett*, 2012; 101: 132406
- [14] Li G J, Du J J, Wang H M, Wang Q, Ma Y H, He J C. *Mater Lett*, 2014; 133: 53
- [15] Du J J, Li G J, Wang Q, Cao Y Z, Ma Y H, He J C. *Nano*, 2014; 9: 1450025
- [16] Tahashi M, Sassa K, Hirabayashi I, Asai S. *Mater Trans JIM*, 2000; 41: 985
- [17] Cao Y Z, Wang Q, Li G J, Du J J, Wu C, He J C. *J Magn Magn Mater*, 2013; 332: 38
- [18] Zhang S X, Duan Z X, Zhang X P, Wang D L, Gao Z S, Han L, Ma Y W, Awaji S, Watanabe K. *Appl Phys Express*, 2012; 5: 041802
- [19] Matsushima H, Nohira T, Ito Y. *Electrochem Solid-State Lett*, 2004; 7(8): C81
- [20] Matsushima H, Fukunaka Y, Ito Y, Bund A, Plieth W. *J Electroanal Chem*, 2006; 587: 93
- [21] Koza J, Uhlemann M, Gebert A, Schultz L. *J Solid State Electrochem*, 2008; 12: 181
- [22] Matsushima H, Nohira T, Ito Y. *J Solid State Electrochem*, 2004; 8: 195
- [23] Matsushima H, Fukunaka Y, Yasuda H, Kikuchi S. *ISIJ Int*, 2005; 45: 1001
- [24] Wang Q, Cao Y Z, Li G J, Wang K, Du J J, He J C. *Sci Adv Mater*, 2013; 5: 1
- [25] Mebarki M, Layadi A, Guittoum A, Benabas A, Ghebouli B, Saad M, Menni N. *Appl Surf Sci*, 2011; 257: 7025
- [26] Chen M, Wei H L, Liu Z L, Yao K L. *Acta Phys Sin*, 2001; 50: 2446  
(陈敏, 魏合林, 刘祖黎, 姚凯伦. 物理学报, 2001; 50: 2446)
- [27] Tang X D, Wang X F, Long Z H. *Mech Eng*, 2003; (6): 39  
(汤旭东, 王小峰, 龙振湖. 机械工程师, 2003; (6): 39)
- [28] Shi X W. *Vacuum*, 2013; 50(1): 23  
(史新伟. 真空, 2013; 50(1): 23)
- [29] Ma Y W, Xiao L Y, Yan L G. *Chin Sci Bull*, 2006; 51: 2944
- [30] Jiang S T, Li W. *Condensed Matter Physics of Magnetism*. Beijing: Science Press, 2003: 211  
(姜寿亭, 李卫. 凝聚态磁性物理. 北京: 科学出版社, 2003: 211)
- [31] Qu Y. *PhD Dissertation*, Southeast University, Nanjing, 2003  
(瞿亚. 东南大学博士学位论文, 南京, 2003)
- [32] Thomas S, Al-Harhi S H, Sakthikumar D, Al-Omari I A, Ramanujan R V, Yoshida Y. *J Phys*, 2008; 41D: 155009

(责任编辑:毕淑娟)